



⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 3408503 A1

⑯ Int. Cl. 3:

A 61K 6/06

A 61 C 5/04

⑯ Aktenzeichen: P 34 08 503.3  
⑯ Anmeldetag: 8. 3. 84  
⑯ Offenlegungstag: 27. 9. 84

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯

22.03.83 JP 58-47609

⑯ Anmelder:

Mitsubishi Mining & Cement Co. Ltd., Tokio / Tokyo,  
JP

⑯ Vertreter:

Strehl, P., Dipl.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing.;  
Schübel-Hopf, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw.;  
Schulz, R., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.- u.  
Rechtsanw., 8000 München

⑯ Erfinder:

Takeuchi, Hiroyasu, Saitama, JP; Ohkubo,  
Yoshitaka, Chichibu, Saitama, JP; Ono, Mikiya,  
Hanno, Saitama, JP

Behördeneigentum

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten

Ein Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten wird  
zur Verfügung gestellt.

Dieser Stift besteht aus einer Calciumphosphatverbindung,  
wie Tricalciumphosphat, Tetracalciumphosphat, Hydroxy-  
lapatit oder Fluorapatit und besitzt eine Druckfestigkeit von  
nicht weniger als  $850 \cdot 10^5$  Pa. Der Stift ist verträglich mit dem  
lebenden Gewebe und beschleunigt die Bildung von neuem  
Knochengewebe.

STREHL SCHÜBEL-HÖPF SCHULZ

3408503

WIDENMAYERSTRASSE 17, D-8000 MÜNCHEN 22

DIPL. ING. PETER STREHL  
DIPL.-CHEM. DR. URSULA SCHÜBEL-HÖPF  
DIPL.-PHYS. DR. RÖTGER SCHULZ  
AUCH RECHTSANWALT BEI DEN  
LANDGERICHTEN MÜNCHEN I UND II

ALSO EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

TELEFON (089) 223911  
TELEX 5214036 SSSM D  
TELECOPIER (089) 223915

DEA-13 885

8. März 1984

Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-  
Kavitäten

PATENTANSPRUCH

Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten,  
5 dadurch gekennzeichnet, daß er aus  
einer Calciumphosphat-Verbindung besteht und eine  
Druckfestigkeit von mindestens  $850 \cdot 10^5$  Pa ( $850 \text{ kg/cm}^2$ )  
aufweist.

## BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft einen Stift beziehungsweise eine Spitze, der dazu bestimmt ist, in eine Zahnwurzelkanal-Kavität eingesetzt zu werden, insbesondere 5 einen derartigen Stift, der aus einer Calciumphosphat-Verbindung gebildet ist.

Bei der Zahnbehandlung ist es üblich, daß in kleine röhrenförmige Kavitäten oder Hohlräume, die im Zahnwurzelkanal durch Entfernung der Pulpa oder durch 10 Wurzelkanalbehandlung ausgebildet worden sind, dünne stabförmige Einsätze mit einem Durchmesser von etwa 0,3 bis etwa 2,0 mm eingelegt werden, um das Kavum physikalisch zu verschließen oder um eine Infektion des Wurzelkanals zu verhindern. Eine solche Einlage 15 wird auf dem Dentalgebiet als Stift bzw. Spitz (point) bezeichnet.

Übliche, auf diesem Gebiet bekannte Stifte bestehen aus Baumwolle, Papier oder Guttapercha, die mit zahlreichen pharmazeutischen Chemikalien imprägniert sind. 20 Diese bekannten Stifte werden in das im Zahnwurzelkanal ausgebildete kleine röhrenförmige Kavum zusammen mit anderen Füllmaterialien, um im Kavum fixiert zu werden, oder ohne solche eingelegt, um eine Infektion zu verhindern, oder um das Kavum physikalisch 25 zu verschließen. Zwar können durch Verwendung der bekannten Stifte einige begrenzte Wirkungen erzielt werden, es treten jedoch die folgenden Nachteile auf.

Die bekannten Stifte sind in dem Kavum nur unvollständig an das lebende Gewebe angepaßt, so daß ein vollständiges Verschließen der Kavitäten nicht erreicht 30

wird. Insbesondere nach Ablauf längerer Zeit bilden sich Spalten an der Grenzfläche zwischen dem eingesetzten Stift und dem das Kavum umgebenden lebenden Gewebe. Abgesonderte Flüssigkeit tritt aus dem Zahnwurzelkanal in

5 die Spalten ein und verursacht Infektionen innerhalb des Kanals. Wenn die bekannten Stifte zu tief in das lebende Gewebe eingeführt werden, werden dadurch starke Entzündungen verursacht, da der Stift als solcher für das lebende Gewebe eine Fremdstoff darstellt.

10 Ausgehend von den vorstehend erläuterten Tatsachen liegt der Erfahrung die Aufgabe zugrunde, die erwähnten Nachteile der bekannten Stifte zu beseitigen und verbesserte Stifte zu entwickeln, die sich vorteilhaft in Zahnwurzelkanal-Kavitäten einsetzen lassen.

15 Es ist Aufgabe der Erfahrung, einen Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten zur Verfügung zu stellen, der sich zum Einsetzen in Defekte oder Kavitäten in harten Geweben, wie im Zahnwurzelkanal gebildeten Kavitäten, eignet und dort die Bildung von neuem Knochengewebe be-

20 schleunigt und das Kavum vollständig schließt, so daß das Heraustreten von flüssigen Sekreten verhindert wird und Infektionen durch Bakterien oder andere Verunreinigungen vermieden werden.

25 Erfahrungsgemäß soll ein Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten geschaffen werden, der die gleiche oder eine ähnliche Zusammensetzung wie die anorganische Mineralzusammensetzung des natürlichen Zahns hat und der verbesserte Verträglichkeit mit lebenden Geweben besitzt, so daß er angewendet werden kann, ohne daß Entzündungen

30 auftreten, die sonst bei Anwendung von üblichen Stiften verursacht werden.

Es ist ferner Aufgabe der Erfahrung, einen Stift zum

Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten zu schaffen, der härter und fester als die üblichen Stifte aus Baumwolle oder Papier ist, und der daher in einfacher Weise tief in die Zahnwurzelkanal-Kavität eingeführt werden kann.

Erfindungsgemäß soll ein Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten zur Verfügung gestellt werden, der in der Röntgenaufnahme sichtbar ist, so daß die Anwendung eines speziellen Kontrastmittels, das bei Anwendung von bekannten Stiften benötigt wird, vermieden werden kann.

Gegenstand der Erfindung ist ein Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten, der dadurch gekennzeichnet ist, daß er aus einer Calciumphosphat-Verbindung besteht und eine Druckfestigkeit von mindestens  $850 \cdot 10^5$  Pa (850 kg/cm<sup>2</sup>) aufweist.

Die Erfindung wird nachstehend zum besseren Verständnis ausführlich erläutert.

Zu Calciumphosphat-Verbindungen, die als Materialien für den erfindungsgemäßen Stift geeignet sind, gehören Tricalciumphosphat ( $Ca_3(PO_4)_2$ ), Hydroxylapatit ( $Ca_5(PO_4)_3OH$ ), Tetracalciumphosphat ( $Ca_4O(PO_4)_2$ ), Oxyapatit, Calciumpyrophosphat ( $Ca_2P_2O_7$ ), Fluorapatit, Substitutionsverbindungen von Hydroxylapatit, erhalten durch Substitution von einer oder mehr Hydroxylgruppen des Hydroxylapatits durch Fluorionen, und Gemische solcher Phosphate. Um das frühe Wachstum von neuem Knochengewebe zu erleichtern, wird vorzugsweise Tricalciumphosphat, Hydroxylapatit, Fluorapatit oder Tetracalciumphosphat oder ein Gemisch aus zwei oder mehr dieser Phosphate eingesetzt. Das am stärksten bevorzugte Material ist Hydroxylapatit, da neues Knochengewebe mit der höchsten Geschwindigkeit gebildet wird, wenn der Stift aus Hydroxyl-

apatit besteht,

Da der erfindungsgemäße Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten in das Kavum des Zahnwurzelkanals eingeführt oder eingeschoben wird, sollte seine mechanische Festigkeit hoch genug sein, um der Kraft des Hineinschiebens oder -drückens zu widerstehen. Es ist daher wesentlich, daß der Stift eine Druckfestigkeit von nicht weniger als  $850 \cdot 10^5$  Pa ( $850 \text{ kg/cm}^2$ ), vorzugsweise nicht weniger als  $1200 \cdot 10^5$  Pa ( $1200 \text{ kg/cm}^2$ ) hat. Die obere Grenze der Druckfestigkeit ist nicht kritisch und hängt von der verwendeten Calciumphosphatverbindung ab, wobei die höchste Druckfestigkeit, die durch Anwendung von Calciumphosphatverbindungen erreichbar ist, etwa  $10\,000 \cdot 10^5$  Pa ( $10\,000 \text{ kg/cm}^2$ ) beträgt. Stifte, die eine Druckfestigkeit von weniger als  $850 \cdot 10^5$  Pa besitzen, eignen sich nicht für die Zwecke der Erfindung, da sie brechen können, wenn sie in Kavitäten des Zahnwurzelkanals eingeschoben werden.

Vorzugsweise hat der Stift zum Einsatz in Zahnwurzelkanal-Kavitäten gemäß der Erfindung eine zylindrische oder kegelstumpfähnlich-konische Form. Dies ist darauf zurückzuführen, daß die durch Pulpa-Resektion oder Wurzelkanalbehandlung verursachten Defekte oder Kavitäten im allgemeinen zylindrische Form oder konische, kegelstumpfartige Form aufweisen. Wenn die Stifte eine andere Form besitzen, als die Defekte oder Kavitäten, bilden sich an der Grenzfläche zwischen dem eingesetzten Stift und dem umgebenden Gewebe des Zahnwurzelkanals große Zwischenräume, so daß ein vollständiges Verschließen der Defekte verzögert wird, bis das große Hohlraumvolumen mit wachsendem neuem Knochengewebe ausgefüllt ist. Es ist natürlich wünschenswert, daß der Stift eine

andere als zylindrische oder kegelstumpfartige Form hat, welche jedoch die Form des Defekts ergänzt, wenn die Form des Defekts anders als zylindrisch oder kegelstumpfartig ist.

- 5 Vorzugsweise wird ein Stift hergestellt, dessen Länge gleich der Länge des kleinen röhrenförmigen Kavums des Zahnwurzelkanals ist oder geringfügig größer ist, und in das Kavum eingesetzt, so daß das vordere Ende des Stiftes in das Knochenmark des Alveolarknochens
- 10 eingeschoben wird. Gemäß einer anderen Ausführungsform ist es wünschenswert, daß der erfindungsgemäß hergestellte Stift die gleiche Länge hat, wie das röhrenförmige Kavum des Zahnwurzelkanals, so daß kein Hohlraum im Wurzelkanal verbleibt. Wenn die Länge des Stiftes zu gering ist und dieser nicht vollständig eingeführt ist, so daß im Zahnwurzelkanal ein Hohlraum verbleibt, treffen Verzweigungen des Wurzelkanals auf den Hohlraum, so daß Sekretflüssigkeit in diesem Hohlraum stagniert und das lebende Gewebe beeinträchtigt oder
- 15 20 einen schädlichen Einfluß auf das Wachstum von neuem Knochengewebe ausübt.
- Um zufriedenstellende Festigkeit zu erreichen hat der erfindungsgemäße Stift vorzugsweise einen Durchmesser von nicht weniger als 0,5 mm, wenn er zylindrische Gestalt hat. In entsprechender Weise wird bevorzugt, daß bei einem Stift mit kegelstumpfförmiger Gestalt der Durchmesser der Basis des Kegelstumpfes nicht weniger als 0,5 mm beträgt. Wenn auch der obere Grenzwert für den Durchmesser des Stiftes nicht kritisch
- 25 30 ist, beträgt doch im allgemeinen der größte Durchmesser des Stiftes etwa 2 mm, da der Maximaldurchmesser eines zahnwurzelkanal-Kavums etwa 2 mm beträgt. Ein Stift,

dessen Länge gleich der Tiefe der Zahnwurzelkanal-Kavität ist, kann hergestellt und in die Kavität eingeschoben werden, oder ein Stift, dessen Länge größer ist, als die Tiefe der Kavität, kann hergestellt und

5 in die Kavität eingesetzt werden, worauf das über die Kavität vorstehende Ende nach dem Vorgang des Einsetzens von Hand oder mit Hilfe eines Instruments abgeschnitten wird.

Ein Stift, dessen Durchmesser etwas größer als der Durchmesser der Zahnwurzelkanal-Kavität ist, kann hergestellt und unter Druck in die Kavität eingeschoben werden, so daß er in engem Eingriff mit der Wand des Zahnwurzelkanals steht, ohne daß ein Zwischenraum verbleibt. Auf diese Weise kann der erfindungsgemäße Stift allein angewendet werden, um eine integrale Masse mit dem die Kavität umgebenden lebenden Gewebe auszubilden. Zur Verhinderung von Infektionen ist es jedoch empfehlenswert, daß eine härtbare Masse, die beispielsweise Calciumhydroxid (gelöschten Kalk), Guttapercha oder Zinkoxid-Eugenol-Zement mit dem Zusatz eines Sterilisiermittels oder Desinfektionsmittels, Iodoform oder Tetracyclin-hydrochlorid, enthält, in die Zahnwurzelkanal-Kavität eingefüllt wird, nachdem der erfindungsgemäße Stift in die Kavität eingeschoben worden ist, so daß Infektionen durch äußere Infektionsquellen während des Zeitraums vermieden werden, bis der Zwischenraum zwischen dem Stift und dem umgebenden lebenden Gewebe durch wachsendes neues Knochengebebe ausgefüllt worden ist.

Der erfindungsgemäße Stift zum Einsatz in eine Zahnwurzelkanal-Kavität kann hergestellt werden, indem eine gesinterte Masse aus einer oder mehreren Calciumphosphatverbindungen erzeugt wird, die dann bearbeitet wird,

beispielsweise mit Hilfe einer spitzenlosen Schleifmaschine, oder durch Formen des pulverförmigen Materials durch Formpressen mit Hilfe einer Kautschukpresse, wobei ein Formkörper der gewünschten Gestalt 5 erhalten wird, der dann zur Herstellung des fertigen Produkts gesintert wird.

Die Erfindung wird nachstehend unter Bezugnahme auf gegenwärtig bevorzugte Ausführungsformen eingehender beschrieben.

#### 10 Beispiel 1

Kavitäten mit einem Durchmesser von je 0,7 mm wurden auf operativem Weg in den Zahnwurzelkanälen der Zähne eines Hundes ausgebildet. Zylindrische Sinterkörper mit einem Durchmesser von jeweils 0,8 mm und einer 15 Länge von 15 mm wurden aus Tricalciumphosphat, Hydroxylapatit bzw. Tetracalciumphosphat hergestellt. Weitere Prüfkörper mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Länge von 5 mm wurden aus den gleichen Materialien gesondert hergestellt und mit Hilfe einer Universal- 20 Prüfmaschine (hergestellt von Instron Engineering Corp.) geprüft, um die Druckfestigkeit der zylindrischen Sinterkörper festzustellen. Die Prüfergebnisse zeigten, daß die Druckfestigkeit des Prüfkörpers aus Tricalciumphosphat  $7600 \cdot 10^5$  Pa ( $7600 \text{ kg/cm}^2$ ), des Prüfkörpers 25 aus Hydroxylapatit  $8200 \cdot 10^5$  Pa ( $8200 \text{ kg/cm}^2$ ) und des Prüfkörpers aus Tetracalciumphosphat  $2800 \cdot 10^5$  Pa ( $2800 \text{ kg/cm}^2$ ) betrugen.

Jeder der anfangs beschriebenen zylindrischen Sinterkörper wurde so in die Zahnwurzelkanal-Kavität eingesetzt,

daß das vordere Ende etwa 1 mm in das Knochenmark des Alveolarknochens eingeschoben war. Die Beobachtung nach der Operation des Einsetzens der Stifte zeigte, daß sich 1 bis 2 Wochen nach der Operation neues Knochen-  
5 chengewebe an den Flächen zwischen den eingesetzten zylindrischen Sinterkörpern und den umgebenden Wänden der Zahnwurzelkanäle gebildet hatte und daß 3 bis 5 Wochen nach der Operation die Zwischenräume zwischen den eingesetzten zylindrischen Sinterkörpern  
10 und den umgebenden Wänden der Zahnwurzelkanäle vollständig mit neu gewachsenem Knochengewebe ausgefüllt waren. Die aus Hydroxylapatit hergestellten zylindrischen Sinterkörper führten zu den vorteilhaftesten Ergebnissen, da die Zwischenräume in der kürzesten  
15 Zeit vollständig mit neuem Knochengewebe gefüllt waren und da das in das Knochenmark des Alveolarknochens eingeschobene vordere Ende von neuem Knochengewebe umgeben war.

20 In keinem Fall wurde innerhalb der Kavitäten, in die die drei vorstehend angegebenen Sintermaterialien eingesetzt worden waren, während der ständigen Beobachtungsdauer eine Infektion beobachtet und darüber hinaus war keine Flüssigkeitssekretion aus den Kavitäten ausgetreten.

25 Beispiel 2

30 Kavitäten mit einem Durchmesser von jeweils 0,5 mm wurden in Zahnwurzelkanälen der Zähne eines Hundes auf operativem Weg ausgebildet. Hydroxylapatit wurde gesintert und bearbeitet, um Stifte in der Form eines Kegelstumpfes herzustellen, deren Durchmesser der oberen Fläche 0,5 mm, deren Durchmesser der Basis 0,6 mm

und deren Höhe 15 mm betrug. Jeder der kegelstumpfförmigen Stifte wurde in eine der Zahnwurz lkanalkavitäten derart eingesetzt, daß das vordere End 0,5 mm in das Knochenmark des Alveolarknochens eingeschoben war. Nach 5 dem Einsetzen des Stiftes wurde außerdem ein aus Iodoform und gelöschem Kalk bestehendes Füllmaterial in die Kavität eingebracht. Nach Ablauf von 3 Wochen nach dem Zeitpunkt der Operation wurde eine Gewebeprobe des Behandlungsgebietes angefertigt und beobachtet, 10 um das Wachstum von neuem Knochen festzustellen.

Es wurde keine Fremdkörperreaktion beobachtet, woraus hervorgeht, daß keine Verträglichkeitsschwierigkeiten gegenüber dem lebenden Gewebe auftraten. Es wurde außerdem festgestellt, daß der Zwischenraum zwischen 15 dem eingesetzten gesinterten Material und dem umgebenden Zahnwurzelkanal vollständig mit neuem Knochen- gewebe ausgefüllt war. Während der gesamten ständigen Beobachtungsperiode wurde keine Infektion und kein Austreten von flüssigem Sekret beobachtet.

20 Beispiel 3

Kavitäten mit einem Durchmesser von jeweils 0,8 mm wurden in den Zahnwurzelkanälen von extrahierten menschlichen Zähnen ausgebildet. Zylindrische Stifte mit unterschiedlichen Druckfestigkeiten wurden aus 25 Hydroxylapatit, Tricalciumphosphat, Tetracalcium- phosphat und Fluorapatit hergestellt, wobei jeder Stift einen Durchmesser von 0,85 mm und eine Länge von 20 mm hatte. Die Druckfestigkeit jedes der in diesem Beispiel verwendeten Stifte wurde mit Hilfe 30 eines gesondert hergestellten Prüfkörpers mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Länge von 5 mm in

gleicher Weise wie in Beispiel 1 bestimmt. Die 5 zu prüfend n zylindrisch n Stifte mit unterschiedlichen Druckfestigkeiten wurden in die Kavitäten eingeschoben, um festzustellen, welche Anzahl an Prüfkörpern 5 in die Kavitäten eingeschoben werden konnten, ohne zu brechen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 gezeigt.

Tabelle 1

Material	Druckfestigkeit Pa	Prüfkörper Zahl der Stifte, die in die Kavität eingeschoben werden konnten
Hydroxylapatit	$350 \cdot 10^5$	einer, die anderen Prüfkörper zerbrachen
	$850 \cdot 10^5$	vier
	$1450 \cdot 10^5$	fünf
	$8200 \cdot 10^5$	fünf
Tricalciumphosphat	$300 \cdot 10^5$	null, alle Prüfkörper zerbrachen
	$1010 \cdot 10^5$	vier
	$1200 \cdot 10^5$	fünf
	$7670 \cdot 10^5$	fünf
Tetracalciumphosphat	$250 \cdot 10^5$	null, alle Prüfkörper zerbrachen
	$450 \cdot 10^5$	einer, die anderen Prüfkörper zerbrachen
	$4240 \cdot 10^5$	fünf
Fluorapatit	$400 \cdot 10^5$	einer, die anderen Prüfkörper zerbrachen
	$1200 \cdot 10^5$	fünf
	$1650 \cdot 10^5$	fünf
	$9250 \cdot 10^5$	fünf

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: A 61 K 6/06  
A 61 C 5/04

(19) FEDERAL REPUBLIC OF GERMANY  
GERMAN PATENT OFFICE

(12) **Patent Disclosure**  
(11) **DE 34 08 503 A1**

(21) File No.: P 34 08 503.3  
(22) Date of Application: 08 March 1984  
(43) Date of Disclosure: 27 Sept. 1984

---

(30) Union Priority: (32) (33) (31)  
22 March 1983 JP 58-47609

(71) Claimant: Mitsubishi Mining & Cement Co. Ltd., Tokyo, JP  
(74) Represented by: P. Strehl, Dipl.-Ing., MBA;  
U. Schübel-Hopf, Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Pat. Att'y;  
R. Schulz, Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.. Att'y & Legal Counsel;  
8000 Munich  
(72) Inventors: Yakauchi, Hiroyasu, of Saitama, JP;  
Ohkubo, Yoshitaka, Chichibu, of Saitama, JP;  
Ono, Mikiya, Hanno, of Saitama, JP

((stamp: Office Property))

---

Request for review per Ger Pat Act § 44 has been submitted.

(54) Pin for Insertion in Dental Root Canal Cavities

Presented is a pin for insertion in dental root canal cavities.  
This pin consists of a calcium phosphate compound such as tricalcium phosphate,  
hydroxylapatite or fluoroapatite, with a compression resistance of not less than  $850 \cdot 10^5$   
Pa. The pin is compatible with live tissue and promotes the accelerated formation of new  
bone tissue.

STREHL SCHÜBEL-HOPF SCHULZ  
WIDENMAYERSTRASSE 17, D-8000 MÜNCHEN 22 (MUNICH)

DIPL.-ING. PETER STREHL  
DIPL.-CHEM. DR. URSULA SCHÜBEL-HOPF  
DIPL.-PHYS. DR. RÜTGER SCHULZ  
ALSO SERVING AS ATTORNEY  
AT THE MUNICH DISTRICT COURTS I & II

ALSO EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

TEL. : (089) 22 39 11  
TELEX : 5 21 4036 SSSM D  
TELECOPIER: : (089) 22 39 15

DEA-13 885

08 March 1984

Pin for Insertion in Dental Root Canal Cavities

PATENT CLAIM

Pin for insertion in dental root canal cavities,  
**characterized in that** it consists of a calcium phosphate compound and has a  
compression strength of at least  $850 \cdot 10^5$  Pa ( $850 \text{ kg/cm}^2$ ).

DESCRIPTION

This invention relates to a pin, or point, designed for insertion in a dental root canal cavity, and in particular a pin consisting of a calcium phosphate compound.

It is common practice in dentistry to implant in small tubular cavities, created in the dental root canal by the removal of pulpa or by a root canal operation, thin rod-shaped inserts with a diameter of about 0.3 to approximately 2.0 mm for the purpose of physically sealing the cavity or to prevent an infection of the root canal. In odontology these inserts are referred to as pins or points.

The pins typically used for that purpose consist of cotton, paper or guttapercha, treated with numerous pharmaceutical chemicals. These conventional pins are inserted in the small tubular cavity created in the dental root canal, either together with or without other filler materials serving as fixation aids in the cavity, for the purpose of preventing an infection or to physically seal the cavity. While employing such conventional pins is effective to a limited extent, they have their drawbacks as mentioned below.

The conventional pins do not completely adapt themselves to the live tissue, thus falling short of a complete sealing of the cavities. Especially after a prolonged period of time, there

will be gaps at the boundary between the inserted pin and the live tissue surrounding the cavity. Fluids emanating from the dental root canal enter these gaps, causing infections within the canal. When conventional pins are too deeply inserted in the live tissue, severe inflammations will be the consequence because to the live tissue the pin is a foreign substance.

In view of the situation explained above, it is the objective of this invention to eliminate the aforementioned disadvantages of the conventional pins and to produce improved pins which can be inserted in dental root canal cavities in desirable fashion.

The invention is aimed at introducing for insertion in dental root canal cavities a pin which is suitable for implantation in defects or cavities in hard tissue, for instance in cavities that have been created in the dental root canal where it promotes accelerated formation of new bone tissue while completely sealing the cavity, thus preventing the secretion of fluids and attendant infections caused by bacteria or other contamination.

According to the invention, the pin to be produced for insertion in dental root canal cavities should have the same or similar composition as the combination of inorganic minerals in the natural tooth, offering improved compatibility with live tissue so as to be implantable without causing inflammations as encountered with conventional pins.

As another objective of this invention, the pin to be produced for insertion in dental root canal

cavities will be harder and tougher than the conventional pins consisting of cotton or paper and which can therefore be easily inserted deep in the dental root canal cavity.

According to the invention, a pin is to be provided for insertion in dental root canal cavities which pin is visible in an x-ray image, thus obviating the need for a special contrast agent which must be used when working with conventional pins.

The object of this invention is a pin for insertion in dental root canal cavities which is characterized in that it consists of a calcium phosphate compound and offers a compression strength or resistance of at least  $850 \cdot 10^5$  Pa ( $850 \text{ kg/cm}^2$ ).

For a clearer understanding the following will explain this invention in more detail.

The calcium phosphate compounds which are suitable for use as the material from which to produce the pin according to this invention include tricalcium phosphate ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), hydroxylic apatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ ), tetracalcium phosphate ( $\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$ ), oxyapatite, calcium pyrophosphate ( $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), fluoroapatite, substitution compounds of hydroxylic apatite obtained by the substitution of one or several hydroxylic groups of the hydroxylic apatite by fluorine ions, and mixtures of such phosphates. To promote the early growth of new bone tissue, the preferred compound consists of tricalcium phosphate, hydroxylic apatite, fluoroapatite or tetracalcium phosphate, or a mixture of two or more of these phosphates. The material preferred the most is hydroxylic apatite since new bone tissue is formed at the fastest rate when the pin consists of hydroxylic apatite.

Since the pin per this invention, intended for insertion in dental root canal cavities, is to be pushed or pressed into the cavity of the dental root canal, its mechanical strength should be high enough to withstand the force exerted on it as it is pushed or pressed in. It is therefore important that the pin have a compression strength of not less than  $850.10^5$  Pa ( $850 \text{ kg/cm}^2$ ) and preferably not less than  $1200.10^5$  Pa ( $1200 \text{ kg/cm}^2$ ). The upper limit of the compression strength is not critical and depends on the calcium phosphate compound employed, the maximum compression strength obtainable with calcium phosphate compounds being about  $10,000.10^5$  Pa ( $10,000 \text{ kg/cm}^2$ ). Pins with a compression resistance of less than  $850.10^5$  Pa are not suitable for the purposes of this invention since they can break when inserted in the cavities of the dental root canal.

The pin designed per this invention for insertion in dental root canal cavities is preferably cylindrical or of a shape resembling a truncated cone. The reason for this is that the defects or cavities caused by a pulpa resection or a root canal operation are usually cylindrical or frustum-shaped. If the pins were of a shape that does not match that of the defects or cavities, substantial gaps would be created at the boundary between the inserted pin and the surrounding tissue of the dental root canal, delaying the complete sealing of these large cavities until new bone tissue has grown enough to fill them. Of course, it is desirable to

produce a pin with a shape other than cylindrical or frustum-like to match the shape of the defect if that is not cylindrical or in the form of a truncated cone.

The length of the pin produced is preferably the same as the length of the small tubular cavity in the dental root canal, or slightly greater so as to allow the pin to be inserted in such fashion that its forward end is implanted in the medulla of the alveolar bone. In another form of implementation it is desirable for the pin produced per this invention to be of the same dimension as the tubular cavity of the dental root canal so as to leave no hollow space in the root canal. If the pin were not sufficiently long and were not fully inserted, leaving a gap in the dental root canal, branches of the root canal would occlude that gap, causing secreted fluids in the gap to stagnate which would lead to a deterioration of the live tissue or to interference with the growth of new bone tissue.

To offer satisfactory strength, the diameter of the pin per this invention, if cylindrical, is preferably not less than 0.5 mm. Correspondingly, if the pin is shaped as a truncated cone, the diameter of the base of the frustum should preferably not be less than 0.5 mm. While the upper limit for the diameter of the pin is not critical, the largest pin diameter would be about 2 mm since the maximum diameter of a dental root canal cavity is approximately 2 mm. A pin

whose length is equal to the depth of the dental root canal cavity can be produced and readily inserted in the cavity, while a pin which is longer than the cavity is deep can be produced, inserted in the cavity and then, upon completed insertion, trimmed back by hand or with the aid of an instrument.

A pin whose diameter is slightly larger than the diameter of the dental root canal cavity can be produced and inserted in the cavity under pressure for a tight fit against the wall of the dental root canal without leaving any gaps. In this fashion, the pin per this invention may be used, by itself, for the purpose of forming an integral body with the live tissue surrounding the cavity. However, to prevent infections it is advisable to use a hardenable material which contains for instance calcium hydroxide (slaked lime), guttapercha or zinc oxide eugenol cement with a sterilizer or disinfectant added, iodoform or tetracyclin hydrochloride, for filling the dental root canal cavity after the pin per this invention has been inserted, thus avoiding an infection by extraneous contaminants during the time that it takes for the space between the pin and the surrounding live tissue to be filled by the growth of new bone tissue.

The pin per this invention for insertion in a dental root canal cavity may be produced following a process whereby a sintered substance is derived from one or several calcium phosphate

compounds and the material is then machined for instance with the aid of a centerless grinder, or the material in powder form is compression-molded into the desired shape with the aid of a caoutchouc press and sintered into the finished product.

This invention is explained in more detail as follows, with reference to currently preferred forms of implementation.

Example # 1

Surgical procedures created cavities, each 0.7 mm in diameter, in the dental root canals of a dog. Sintered cylindrical elements, each 0.8 mm in diameter and 15 mm long, were produced from tricalcium phosphate, hydroxylic apatite and tetracalcium phosphate, respectively. Additional test samples, 5 mm in diameter and 5 mm long, were produced separately from the same materials and tested in a universal test machine (manufactured by Instron Engineering Corp.) for a determination of the compression resistance of the sintered cylindrical samples. The test results showed a compression strength of  $7600 \cdot 10^5$  Pa ( $7600 \text{ kg/cm}^2$ ) for the tricalcium phosphate sample,  $8200 \cdot 10^5$  ( $8200 \text{ kg/cm}^2$ ) for the hydroxylic apatite sample, and  $2800 \cdot 10^5$  Pa ( $2800 \text{ kg/cm}^2$ ) for the tetracalcium phosphate sample.

Each of the sintered cylindrical pins first mentioned was inserted in the dental root canal cavity

in such fashion that the forward end extended about 1 mm into the medulla of the alveolar bone. Observations made following the pin-insertion procedure showed that within 1 to 2 weeks after the procedure new bone tissue had formed on the surfaces between the sintered cylindrical inserts and the surrounding walls of the dental root canals, while within 3 to 5 weeks after the procedure the spaces between the sintered cylindrical inserts and the surrounding walls of the dental root canals had filled completely with newly grown bone tissue. The sintered cylindrical inserts produced from hydroxylic apatite showed the best results by virtue of the fastest rate at which the interstitial spaces had filled up completely with new bone tissue, with the forward end of the pin extending into the medulla of the alveolar bone enveloped by new bone tissue.

In no single case during the entire period of continuous observation was there any evidence of infections in the cavities in which the three aforementioned sintered pins had been inserted, nor, in fact, had any fluid secreted from the cavities.

Example # 2

Surgical procedures created cavities, each 0.7 mm in diameter, in the dental root canals of a dog. Hydroxylic apatite was sintered and machined into truncated-cone pins with a top-surface diameter of 0.5 mm, a base diameter of 0.6 mm and a height of 15 mm. Each frustum-shaped

pin was inserted in the dental root canal cavities in such fashion that its forward end extended 0.5 mm into the medulla of the alveolar bone. Following the insertion of the pins a filler material consisting of iodoform and slaked lime was introduced in the cavity. 3 weeks after the implantation procedure a tissue sample of the treated area was taken and examined for new bone growth.

No negative reaction to the foreign body was observed which would indicate that there were no problems relative to compatibility with the live tissue. It was also found that the space between the sintered inserts and the surrounding dental root canal had filled completely with new bone tissue. During the entire period of continuous observation there was no evidence of any infection or of fluid secretion.

Example 3

Cavities, each 0.8 mm in diameter, were formed in the dental root canals of extracted human teeth. Cylindrical pins, 0.85 mm in diameter and 20 mm long and with different compression-strength values were produced from hydroxylic apatite, tricalcium phosphate, tetracalcium phosphate and fluoroapatite. The compression strength of each of the pins used in this example was measured using a separately produced sample, 5 mm in diameter and 5 mm

long, by the same method as in Example # 1. The 5 cylindrical test pins, each with a different compression strength, were inserted in the cavities to allow a determination as to how many test pins could be inserted in the cavities without breaking. The results are shown in Table 1.

Table 1

Material	Compression Strength, Pa	Number of test pins that could be inserted in the cavity
Hydroxylic apatite	$350 \cdot 10^5$	One; the other test pins broke
	$850 \cdot 10^5$	Four
	$1450 \cdot 10^5$	Five
	$8200 \cdot 10^5$	Five
Tricalcium phosphate	$300 \cdot 10^5$	Zero; all test pins broke
	$1010 \cdot 10^5$	Four
	$1200 \cdot 10^5$	Five
	$7670 \cdot 10^5$	Five
Tetracalcium phosphate	$250 \cdot 10^5$	Zero; all test pins broke
	$450 \cdot 10^5$	One; all other test pins broke
	$4240 \cdot 10^5$	Five
Fluoroapatite	$400 \cdot 10^5$	One; the other test pins broke
	$1200 \cdot 10^5$	Five
	$1650 \cdot 10^5$	Five
	$9250 \cdot 10^5$	Five